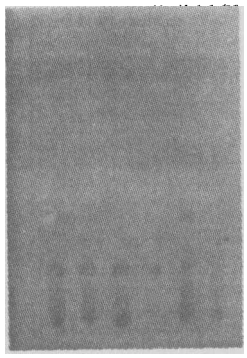

图 1 消炎利胆片穿心莲 TLC 图谱

1. 穿心莲(-)2. 穿心莲 3. 脱水穿心莲内酯 4,5,6. 供试品

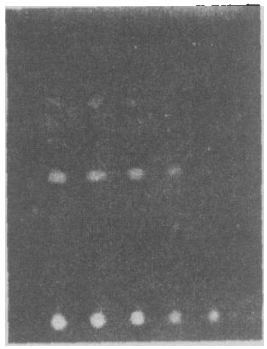

图 2 消炎利胆片苦木 TLC 图谱

1. 苦木(-)　2. 苦木 3,4,5. 供试品

3. 讨论

本品参照中国药典[3]穿心莲项下方法，使用硅胶 GF_{254} 薄层板，以脱水穿心莲内酯、穿心莲内酯和穿心莲药材作对照，氯仿-醋酸乙酯-甲醇(4∶3∶0.4)为展开剂，紫外光灯(254nm)下检视显相应的暗斑。由于供试品中穿心莲内酯斑点不够明显，故只以脱水穿心莲内酯对照品和穿心莲对照药材作对照。用此展开剂展开，苦木所显的特征斑点 R_f 值较高。为能与苦木同板展开，对比了环己烷-氯仿-丙酮(4∶4∶2)、环己烷-氯仿-丙酮(4∶3∶3)、氯仿-丙酮(2∶1)、氯仿-丙酮(9∶1)、苯-氯仿-丙酮(5∶4∶1)、苯-氯仿-丙酮(4∶5∶1)等多种溶剂系统，结果以苯-氯仿-丙酮(4∶5∶1)为展开剂进行薄层色谱，脱水穿心莲内酯、穿心莲对照药材所显斑点和苦木对照药材所显的特征斑点 Rf 值均较适宜，且斑点圆整清晰，分离度好，被采纳。采用上述几种展开剂分别进行薄层色谱，在紫外光灯(365nm)下检视，苦木对照药材及供试品均有一个亮蓝色荧光主斑点，其下方还有蓝紫色等荧光斑点，荧光强度较弱，有的供试液这些荧光斑点不很清晰，因此规定：供试品色谱中，在与苦木对照药材色谱相应的位置上，显相同的一个亮蓝色荧光主斑点。中国药典[3]苦木项下薄层鉴别使用硅胶 G 薄层板，以苦木对照药材作对照，氯仿-甲醇(17∶3)为展开剂，改良碘化铋钾试液显色。消炎利胆片采用相同薄层色谱条件，可见生物碱斑点，但量较低，故选择检测苦木其它特征成分。

曾对供试品溶液的制备方法进行了对比：①甲醇提取制备；②甲醇提取，蒸干，水溶，正丁醇萃取制备；③氯仿提取制备；④醋酸乙酯提取制备；⑤乙醇提取制备；⑥乙醇提取，蒸干，水溶，氯仿萃取制备；⑦乙醇提取，蒸干，水溶，醋酸乙酯萃取制备(最后溶解残渣的溶剂均为无水乙醇)。这七种方法制备的供试品溶液同法进行薄层色谱，均能检出穿心莲和苦木特征斑点。经过氯仿或醋酸乙酯萃取提纯所得供试品溶液杂质少为澄清液。甲醇、乙醇等直接超声处理提取样品，提取液蒸干后，残渣用无水乙醇溶解时不能全部溶解，但供试品溶液制备方法简单，根据色谱结果并综合考虑选定用乙醇提取样品制备供试液，取上清液点样进行薄层色谱。

本品穿心莲的阴性对照试验表明，其它药味不干扰穿心莲的检出，本品苦木阴性对照试验显示，其它药味不干扰苦木的检出，均具有专属性。在同一薄层板上分别鉴别出穿心莲和苦木，方法简便，快速实用，适用于消炎利胆片的质量控制，还可供含有这两味药的其他中药制剂借鉴。

参考文献

[1] 黄晓丹、苏子仁、沈晓玲等. 消炎利胆片中穿心莲内酯类和苦木碱类的 RP-HPLC 法测定[J]. 中成药，2003，25(6)：451～454

[2] 李泳雪、吴　斌、曾伟杰. 消炎利胆软胶囊中脱水穿心莲内酯含量的测定[J]. 中药材，2002，25(7)：500～501

[3] 中华人民共和国药典.(一部)[S]. 北京：化学工业出版社，2000，220～221，159～160

氨咖黄敏片人工牛黄中的贝斯素薄层色谱鉴别

刘　岚　屈德扬(湖南省衡阳市药品检验所 421001)

摘要　**目的**：建立一种测定氨咖黄敏片人工牛黄中的贝斯素的薄层色谱鉴别方法。**方法**：采用 TLC 鉴别方法。**结果**：通过改变提取方法和展开剂获得清晰、持久的 TLC 图谱。**结论**：本法简便，灵敏，准确，重现性好，能有效地控制氨咖黄敏片的质量。

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

关键词　氨咖黄敏片;人工牛黄;贝斯素;TLC;鉴别

Identification for Beisisu of Artificial Cow-bezoar in Ankahuangmin Tablets by TLC

Liu Lan and Qu Deyang(*Hengyang Institute for Drug Control, Hengyang* 421001)

Abstract　**Objective**: To establish a TLC method of identification for Beisisu of artificial cow-bezoar in Ankahuangmin Tablets. **Methods**: Identification using TLC. **Result**: Improving the method of extraction and development, the TLC diagram were fairly clear and stable. **Conclusion**: The method is simple, sensitive, accurate and has a good reproducibility. It can be used for quality control of Ankahuangmin Tablets more effectively.

Key words: Ankahuangmin Tablets; Artificial cow-bezoar; Beisisu; TLC; identification

氨咖黄敏片,曾用名为速效伤风片[1],由对乙酰氨基酚、咖啡因、马来酸氯苯那敏、人工牛黄四味药组成,为常用感冒药。近几年来市场抽验发现有人为造假,用不合格人工牛黄投料,不投人工牛黄或少投人工牛黄等情况存在,而现行的药品质量标准尚不能有效控制人工牛黄的质量;本文参照国家药品监督管理局药品标准新药转正标准第十七册[2],采用薄层色谱法对人工牛黄中的贝斯素进行鉴别实验,其薄层分离效果好,可以分离鉴别人工牛黄中的贝斯素有效成份,能有效控制该品种的质量,为完善现行质量标准,打击人为造假行为提供技术依据。

一、仪器与试药

仪器:ZF-I 型三用紫外分析仪(上海顾村电光仪器厂);SCQ50 型超声仪(上海申波超声公司)

试剂　层析用硅胶 G(青岛海洋化工有限公司);薄层板:自制硅胶 G 板 10cm × 20cm,厚 0.3mm,临用前于 110℃活化 30 分钟;贝斯素对照品(中国药品生物制品检定所,批号 0267-9701);其它试剂均为分析纯。

供试品　氨咖黄敏片(市售)编号 1:贵州贵阳制药二厂,批号 20020208;编号 2、3;深圳海王药业有限公司,批号 20030101、20020104。

空白对照　原料由湖南华富制药有限公司提供,按《国家药品标准化学药品地标升国标第三册》处方配制成不含人工牛黄的空白粉末。

二、方法与结果

1. 鉴别(1)

1.1　供试品溶液的制备　取本品 5 片,研细,加乙醚 10ml 超声处理 10 分钟,滤过,滤液备用,取滤渣加水 10ml,超声处理 5 分钟,滤过,合并乙醚液和水液,置水浴蒸干,残渣加 95%乙醇 3ml 溶解,取上清液作为供试品溶液。

1.2　对照品溶液的制备　取贝斯素对照品约 50mg,加乙醇 10ml 超声处理 10 分钟,滤过,滤液作为对照溶液。

1.3　空白对照液的制备　取空白粉末约 5 片量,照供试品处理方法制备空白对照液。

1.4　薄层条件及结果　分别吸取上述三种溶液各 10μl,照薄层色谱法(中国药典 2000 年版二部附录 V B)[3]试验,点于同一硅胶 G 薄层板上,以冰醋酸-甲苯-水(10∶10∶0.5)为展开剂,在室温 20℃以上展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,于 105℃烘约 10 分钟,取出,置紫外光灯(365nm)下检视,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显四个以上相同颜色的荧光斑点,空白对照液在相应位置上无荧光斑点,空白无干扰。(见图 1)

2. 鉴别(2)

2.1　供试品溶液的制备　取本品 3 片研细,加水 10ml,超声处理 10 分钟,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣加甲醇 3ml 溶解,取上清液作为供试品溶液。

2.2　对照品溶解的制备　取贝斯素对照品约 30mg,加水 5ml 超声处理 10 分钟,加甲醇 5ml,取滤液作为对照品溶液。

2.3　空白对照液的制备　取空白粉末约 3 片量,照供试品处理方法制备空白对照液。

2.4　薄层条件及结果　分别吸取上述三种溶液各 5μl,照薄层色谱法(中国药典 2000 年版二部附录 V B)试验,分别点于同一羧甲基纤维素钠硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-乙醇-水(4∶2∶2∶1)为展开剂,展开,取出,于 105℃烘约 10 分钟,喷以 1%茚三酮乙醇溶液,于 105℃烘约 5 分钟,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

的斑点，空白对照液在相应位置无斑点，空白无干扰。(见图 2)

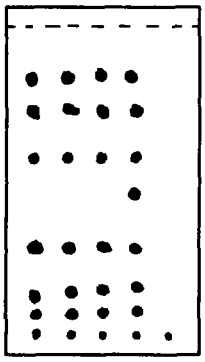

图 1

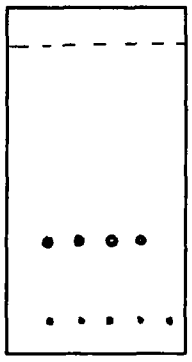

图 2

1、2、3　供试品　4　贝斯素对照品　5　空白对照品

三、讨论

1. 鉴别(1)供试品用甲醇提取时，处方中对乙酰氨基酚对薄层斑点有较大干扰，改用乙醚和水分次提取，合并滤液，能解决此成分的干扰问题，又能保证供试品的斑点数目。

2. 鉴别(1)展开剂冰醋酸—甲苯—水的比例调整为(10∶10∶0.5)，用 10%硫酸乙醇液显色，在紫外光灯 365nm 下检视，荧光斑点清晰，分离效果好，无干扰，空白样品不显荧光。

3. 考察了对照品溶液、供试品溶液的稳定性，温度(18～32℃)湿度(40～70%)变化及展开剂比例小幅改变对薄层色谱结果的影响，结果：对照品溶液、供试品溶液在室温放置 5 日无明显变化，温度、相对湿度对薄层结果影响较为明显，展开剂比例小幅改变可获得相近的分离图谱，实验证实，在室温 20℃以上，相对湿度 60%以下，以鉴别(1)、(2)项下的展开剂展开，分离效果为最佳。

4. 上述二项薄层鉴别方法，对人工牛黄中的贝斯素进行鉴别，该方法灵敏，准确，重现性好，能有效地控制氨咖黄敏片的质量。

参考文献

[1] 国家药品监督管理局国家药品标准. 化学药品地方标准上升国家标准. 第三册，2002，3-259

[2] 国家药品监督管理局药品标准. 新药转正标准. 第十六至二十六册，120～127

[3] 《中国药典》. 2000 二部，附录 ⅤB

(上接第 41 页)

本书的问世对建国以来我国中成药学科的发展进行了全面的总结，使我们了解到了它的现状、存在问题以及未来的发展方向必将为推动中成药学科的建设和发展发挥巨大的推动作用。

《临床用药须知》(中成药)的撰写对于现行的优秀中成药品种进行了全面的介绍，让我们看到了我国中成药产业发展可喜成果的同时，也深深感到它距离满足临床需要，尤其是对征服危害人类重大疾病，危重急症的临床用药，还有相当大的差距，因此为中成药产业化发展指明了方向。

由于本书较好地处理了继承与发扬，理论与实践，中医与西医的关系，在突出传统中医药理论和临床应用的同时，又结合现代药理学和临床医学的发展，不仅有效地指导中、西医合理安全使用中成药，同时也必将为促进中成药的国际交流和走向世界做出了应有的贡献。

正确传播药品信息，合理指导临床用药，不仅是相关管理部门的事情，更是企业的份内工作，生产企业要积极参与此项工作，提供临床、药理、毒理、不良反应的一手资料，通过《临床用药须知》这块平台，连接企业—临床—患者合理用药信息链。

由于本书为首次编写，肯定会存在一些不足或缺点，深切希望广大医务工作者，多提宝贵意见，以便下版修订，使之更好地为临床服务。

欢迎订阅《中国药品标准》杂志

《**中国药品标准**》杂志是由国家食品药品监督管理局主管、国家药典委员会主办的学术性期刊。2000 年创刊，双月刊，国内外公刊发行，**邮发代号**：2－509

《**中国药品标准**》杂志 2006 年增页为 80 页码，**全年定价** 72 **元**，欢迎订阅。

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net